

item No am PTO 892.

~~SECRET~~

PAT-NO: JP404055333A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04055333 A

TITLE: PRODUCTION OF OPTICAL FIBER BASE MATERIAL

PUBN-DATE: February 24, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SATO, TSUGIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY

FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE N/A

APPL-NO: JP02166333

APPL-DATE: June 25, 1990

INT-CL (IPC): C03B037/014, G02B006/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a uniform distribution of refractive index by depositing a porous glass layer with boron doped around the start material comprising quartz glass, and sintering the glass in an environment containing fluoride gas and boron halide gas.

CONSTITUTION: A porous glass layer with a boron component such as B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> doped by a specified amt. is deposited around the start material comprising quartz glass to obtain a porous optical fiber base material having a porous glass layer. This base material is lowered at a specified speed in a sintering furnace to be sintered while doped with fluorine, and thereby transparent glass is obtained. The sintering furnace is kept at a specified temp. and contains a mixture gas atmosphere essentially comprising fluoride gas such as SiF<sub>4</sub> and boron halide gas such as BCl<sub>3</sub>.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報 (A) 平4-55333

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 平成4年(1992)2月24日  
 C 03 B 37/014 Z 8821-4G  
 // G 02 B 6/00 356 A 7036-2K

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

⑯ 特 願 平2-166333  
 ⑰ 出 願 平2(1990)6月25日

⑮ 発明者 佐藤 繼男 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河電気工業株式会社内  
 ⑯ 出願人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

## 明細書

## 1. 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

石英系ガラスからなる出発母材の周りにホウ素をドープした多孔質ガラス層を堆積せしめ、しかる後これをフッ素化合物ガスとホウ素のハロゲン化物ガスとを含む雰囲気中で焼結することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は、クラッドにフッ素とホウ素をドープした光ファイバを得るための光ファイバ母材の製造方法に関するものである。

## (従来技術)

従来から石英系ガラスの屈折率を下げる場合、一般的にフッ素やホウ素を単独でドープしたり、あるいはまた両方と一緒にドープしたりする方法が良く知られている。

通常フッ素をドープする場合は、VAD法等で製造した多孔質ガラス母材をフッ素を含むフッ素化

合物ガス含有雰囲気中、例えばSiF<sub>4</sub>とHeを混合した雰囲気中に晒し焼結することで間接的に行うが、ホウ素をドープする場合は、ホウ素のハロゲン化物をバーナにより火炎加水分解反応させて酸化物の形で直接多孔質ガラス母材中に取り込む方法が一般的である。そして特にコアとの比屈折率差を大きくして開口数(NA)の大きい光ファイバを得ようとする場合には、前記フッ素及びホウ素の両方と一緒にドープすることが多い。

ところで前述のようにフッ素とホウ素の両方をドープする場合、従来以下の方法がとられていた。まず、前述のようにホウ素のハロゲン化物をバーナにより火炎加水分解反応させて、酸化物の形で直接母材中に取り込んだ多孔質ガラス母材を製造する。次にこの母材をフッ素化合物ガス、例えばSiF<sub>4</sub>を含む雰囲気中に曝して、これを加熱焼結することで、雰囲気中のSiF<sub>4</sub>から分解したフッ素をもドープするという方法である。

## (発明が解決しようとする課題)

しかしながらこののような方法の場合、多孔質母

材内に揮散した、例えば $\text{SiF}_4$ は以下の反応を起こし、予めドープしておいたホウ素酸化物、すなわち $\text{B}_2\text{O}_3$ を $\text{BF}_3$ に変化させ、結果的に母材表面から揮散させてしまい、コアに対する比屈折率差を十分に確保できない、という問題があった。



すなわち、上記式に示すように予めドープしておいた $\text{B}_2\text{O}_3$ が $\text{BF}_3$ の形で母材表面近傍から揮散すると、第3図のようにコア1の外側に設けたクラッド2の屈折率分布が母材外表面まで均一レベルにならず、外表面に近づくほどクラッド2の屈折率が放物線状に大きくなってしまい、所望するNAを確保できない。

そしてこのような母材から得られたファイバで、例えばイメージファイバを作製すると、画素と画素間の屈折率プロファイルが第4図に示すようになり実効NAが低下する。その結果クロストークが大きくなって画像が不鮮明になるという問題があった。

そこで本発明の目的は、予め $\text{B}_2\text{O}_3$ をドープして

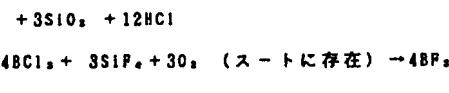
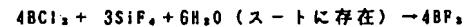
ある多孔質光ファイバ母材をフッ素化合物ガスを含む雰囲気中で加熱し焼結しても、前記 $\text{B}_2\text{O}_3$ の揮散を少なくでき、しかもフッ素をも効率よくドープできる光ファイバ母材の製造方法を提供することにある。

#### (課題を解決するための手段)

上記目的を達成するため本発明は、石英系ガラスからなる出発母材の周りにホウ素をドープした多孔質ガラス層を堆積せしめ、しかる後これをフッ素化合物ガスとホウ素のハロゲン化物ガスとを含む雰囲気中で焼結することを特徴とするものである。

#### (作用)

このようにしてなる本発明によれば、予めホウ素をドープしてなる多孔質の光ファイバ母材を、フッ素化合物ガス、例えば $\text{SiF}_4$ とホウ素のハロゲン化物ガス、例えば $\text{BCl}_3$ とを含む雰囲気中に曝してこれを加熱し焼結すると、雰囲気内にて以下の反応が起こる。



すなわち、上式が示すように、4モルの $\text{BCl}_3$ から同モルの $\text{BF}_3$ が発生することになる。

従って炉内雰囲気中の $\text{BF}_3$ の分圧が増加するので、これまでのように多孔質母材内の $\text{B}_2\text{O}_3$ が $\text{SiF}_4$ によって一方的に揮散することが抑制され、もって母材表面近傍の屈折率の上昇が防止できる。

すなわち、本発明のように予め炉内及び多孔質光ファイバ母材の微粒子間に、例えば $\text{BCl}_3$ の形でホウ素を供給しておいて、ホウ素の濃度を高めておけば、ホウ素濃度の平衡を成立させることができる。

その結果、予め多孔質母材中にドープしてある $\text{B}_2\text{O}_3$ の揮散が化学平衡論的に防止できる。

尚、上式左辺の $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{O}_2$ は多孔質光ファイバ母材中に含まれる水分及び吸着酸素がこれに寄与する。

#### (実施例)

以下本発明の実施例を図面を参照しながら詳細に説明する。

まず外径18mmの石英系ガラスからなる出発母材、すなわちコアに該当する出発母材の周りに、いわゆる外付法により $\text{B}_2\text{O}_3$ を8wt%ドープした多孔質ガラス層を堆積せしめ、外側が多孔質ガラス層からなる外径60mmの多孔質光ファイバ母材を製造した。

この多孔質光ファイバ母材を $\text{He} 10\text{L}/\text{分}$ 、 $\text{SiF}_4$ 3L/分、 $\text{BCl}_3$ 1L/分の混合ガス雰囲気を有し、炉内最高温度部が1250℃に保持された焼結炉内に所定の速度で下降せしめ、フッ素をドープしながら焼結し、透明ガラス化せしめた。

透明ガラス化後、得られた母材の先端付近を外径2mmに延伸し、ブリフォームアライザを用いて半径方向の屈折率分布を測定した。

その結果第1図に示すように、クラッド2の外表面近傍で多少 $\text{B}_2\text{O}_3$ の揮散による屈折率の増加は見られるものの、従来のものに比して大幅に $\text{B}_2\text{O}_3$ の揮散は抑えられ、クラッド2の外表面近傍の屈

折率増加は相当に抑制されている。

次にこのようにして得られた光ファイバ母材から光ファイバを線引し、その長さを整えた。しかる後この光ファイバを10000 本を内径27mmの石英管に挿入し、1万西素のイメージファイバを作製した。このイメージファイバを約2mに切断し、そのNAを測定したところ、NAは0.17でほぼ理論値に近い値が得られた。

さらに長さ20mのイメージファイバについて画像伝送の評価を行ったところ、クロストークもなく明瞭な画像が得られた。第2図はこのようにして得られたイメージファイバのある一部分の屈折率分布を示している。

上記実施例と比較するため、前記実施例と同じホウ素ドープの多孔質光ファイバを得た後、これをBe10% / 分、SiF<sub>4</sub>3% / 分、O<sub>2</sub>2% / 分の混合ガス雰囲気を有し、炉内最高温度部が1300℃に保持された焼結炉内にてフッ素をドープしながら焼結し、透明ガラス化せしめた。

このようにして得られた母材の先端を外径2mm

またボロンのハロゲン化物ガスについても、実施例に示すBCl<sub>3</sub>のみならず、例えば多少高価であるがBF<sub>3</sub>等の他のハロゲン化物ガスも使用できる。

#### (発明の効果)

このようにしてなる本発明によれば、光ファイバ母材のクラッド部に効率よくフッ素とホウ素をドープでき、もってクラッド部の屈折率分布がより均一な光ファイバ母材を得ることができる。

またその結果、この光ファイバ母材からイメージファイバ用の光ファイバを作製すれば、よりNAが大きく、かつクロストークの少ない、すなわち鮮明な画像伝送が可能なイメージファイバをも得ることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明により得られる光ファイバ母材の屈折率分布を示す図、第2図は前記第1図の光ファイバ母材より得られたイメージファイバのある一部分の屈折率分布を示す図、第3図は従来の光ファイバ母材の屈折率分布を示す図、第4図は従来の光ファイバ母材から得られたイメージファ

に延伸し、前述した実施例と同様にプリフォームアナライザを用いて半径方向の屈折率分布を測定した。その結果クラッド2の屈折率分布は第3図のようになっており、かつそのNAも0.15で理論値(この場合0.16)よりも悪かった。

さらに実施例同様に残りの部分で長さ20m、西素数が10000 西素のイメージファイバを作製し、画像伝送の評価を行ったところ、クロストークが多く、不鮮明な画像しか得られなかった。

以上のように本発明によれば、予めドープしたB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の揮散が抑制され、フッ素及びホウ素を効率よく光ファイバ母材内にドープできる。

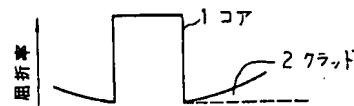
それ故、このようにして得られた光ファイバ母材から作製された光ファイバを使用すれば、NAが大きく、かつクロストークの少ない、すなわち鮮明な画像伝送が可能なイメージファイバを得ることができる。

尚、前記実施例においては、フッ素化合物ガスとしてSiF<sub>4</sub>のみ示しているが、他のフッ素化合物、例えばC<sub>2</sub>ClF<sub>5</sub>等のフロン系ガスやSF<sub>6</sub>でもよいし、

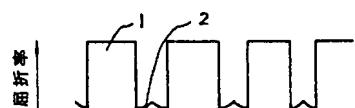
イバのある一部分の屈折率分布を示す図である。

1～コア 2～クラッド

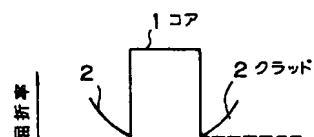
特許出願人 古河電気工業株式会社



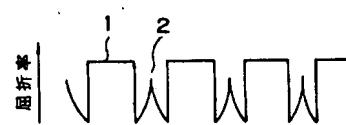
第 1 図



第 2 図



第 3 図



第 4 図